

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **04-095832**

(43)Date of publication of application : **27.03.1992**

(51)Int.Cl.

G01K 7/02
G01K 1/14
H05B 3/20

(21)Application number : **02-213674** (71)Applicant : **NGK INSULATORS LTD**

(22)Date of filing : **14.08.1990** (72)Inventor : **YOSHIDA AKIHIKO**

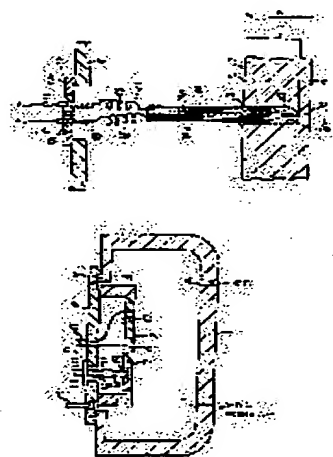
(54) MEASURING APPARATUS OF TEMPERATURE OF NON-METALLIC INORGANIC MEMBER, ITS MANUFACTURE AND HEATING APPARATUS USING THE MANUFACTURE

(57)Abstract:

PURPOSE: To correctly measure the temperature of a non-metallic inorganic member even when the gas pressure is changed by coating at least a hot junction of a thermocouple with a glass bonding layer.

CONSTITUTION: A thermocouple 19 is bonded to a rear surface 12 of a non-metallic inorganic heater 2.

In other words, a hermetic seal 17 having an insulating seal 17b fixed to a metallic part 17a is rigidly mounted on a flange 9 of a container, and a line conductor 18 is fixed to the insulating seal 17b formed of an inorganic insulating body such as glass or the like, and a plus metallic wire 15 and a minus metallic wire 16 are fixedly connected to the end parts of the conductor 18 inside the container. On the other hand, an insulating pipe 14 is inserted into a bonding hole 20, and the metallic wires 15, 16 are inserted through two rows of through holes 14a. A hot junction 24 is at the bottom face of the hole 20. A glass bonding layer 13 is formed in a gap between the metallic wires 15, 16 and the hole 20 and in a gap between the insulating pipe 14 and the hole 20. Therefore, the hot junction 24 is completely coated, and moreover, a front end of the thermocouple 19 and the insulating pipe 14 are fixedly bonded to the heater 2. Accordingly, the temperature can be correctly measured.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

【物件名】

特開平04-095832号公報

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-95832

⑬ Int. Cl.⁵

⑭ 発明記号

⑮ 庁内整理番号

⑯ 公開 平成4年(1992)3月27日

G 01 K 7/02
1/14A
L7267-2F
7267-2F
7267-2F
7103-3K

H 05 B 3/20

S 5 6

審査請求 未請求 請求項の数 10 (全9頁)

⑰ 発明の名称 非金属無機質部材の温度測定装置、その製造方法及びこれを利用した加熱装置

【添付書類】

⑱ 特 願 平2-213674

⑲ 出 願 平2(1990)8月14日

⑳ 発 明 者 吉 田 昭 彦 愛知県岩倉市中本町西出口47番地の8
㉑ 出 願 人 日本碍子株式会社 愛知県名古屋市中区瑞穂区須田町2番56号
㉒ 代 理 人 弁理士 杉村 曉 秀 外5名

明 細 書

1. 発明の名称 非金属無機質部材の温度測定装置、その製造方法及びこれを利用した加熱装置

2. 特許請求の範囲

1. 圧力が変化する容器の内部に配置された非金属無機質部材の温度測定装置であって、前記容器の内部に固定された熱電対；及び前記熱電対の少なくとも熱接点を被覆し、この熱電対を前記非金属無機質部材へ接合するガラス接合層を有する、非金属無機質部材の温度測定装置。
2. 前記ガラス接合層が、ナトリウムとカリウムとをいずれも實質的に含有しないガラスからなる、請求項1記載の非金属無機質部材の温度測定装置。
3. 前記ガラスが、 B_2O_3 含有量が50重量%以下の $SiO_2-B_2O_3$ 系ガラスである、請求項1記載の非金属無機質部材の温度測定装置。
4. 前記ガラスが石英ガラスである、請求項1

記載の非金属無機質部材の温度測定装置。

5. 前記ガラスがオキシナイトライドガラスである、請求項1記載の非金属無機質部材の温度測定装置。
6. 前記非金属無機質部材がセラミックスからなる、請求項1記載の非金属無機質部材の温度測定装置。
7. 前記非金属無機質部材がセラミックスヒーターである、請求項6記載の非金属無機質部材の温度測定装置。
8. 非金属無機質部材に設けられた接合用孔の底部に接合用ガラスの小片を収容する工程；及び
この接合用ガラスの小片を加熱して軟化又は熔融させ、前記接合用孔の底部へと向って圧縮力によって熱電対の熱接点を前記底部に位置させ、これにより少なくとも前記熱接点を被覆するガラス接合層を形成し、前記熱電対と前記非金属無機質部材とを接合する工程を有する、非金属無機質部材の温度測定装置

特開平4-95832(2)

の製造方法。

9. 前記熱電対を被覆するガラス被合層を形成するに際し、前記小片を前記被合層用ガラスの軟化点以上の温度で保持した状態で雰囲気を流注にする、請求項8項記載の非金属材料部材の温度測定装置の製造方法。

10. 圧力が変化する容器:

抵抗発熱体が埋設され、前記容器の内部に設置された非金属材料ヒーター;

前記容器の内部に固定された熱電対;及び前記熱電対の少なくとも熱接点に被覆し、その熱電対を前記非金属材料ヒーターへ接合するガラス被合層を有する、加熱装置。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は非金属材料部材の温度測定装置、その製造方法及びこれを利用した加熱装置に関するものである。

かかること、赤外線透過窓へのCVD膜の付着により赤外線透過が次第に妨げられ、赤外線透過窓で熱吸収が生じて窓が加熱すること等の問題があった。

(発明に至る経過)

上記の問題を解決するため、新たに円盤状の緻密セラミックス内に抵抗発熱体を埋設し、このセラミックスヒーターをグラファイトのケースに保持した加熱装置について検討した。その結果この加熱装置は、上述のような問題点を一掃した極めて優れた装置であることが判明した。

しかし、更に研究を進める過程で、セラミックスヒーターの半導体ウエハー加熱面の温度測定に問題があることが解った。

すなわち、例えば従来の金属ヒーターでは熱電対がヒーター内部にはば完全に埋め込まれ、熱電対の一端はウエハー加熱面付近に位置し、熱電対の他端は容器外へと取り出されている。従って熱電対は容器内部に露出しておらず、特に振動を起すおそれもなかった。

(従来の技術及びその問題点)

スーパークリーン状態を必要とする半導体製造用装置では、デポジション用ガス、エッチング用ガス、クリーニング用ガスとして塩素系ガス、臭素系ガス等の腐食性ガスが使用されている。このため、ウエハーをこれらの腐食性ガスに接触させた状態で加熱するための加熱装置として、抵抗発熱体の表面をステンレススチール、インコネル等の金属により被覆した従来のヒーターを使用すると、これらのガスの曝露によって、腐化物、酸化物、臭化物等の粒状物 μm の、好ましくないパーティクルが発生する。

そこで、デポジション用ガス等に曝露される容器の外側に赤外線ランプを設置し、容器外壁に赤外線透過窓を設け、グラファイト等の耐食性良好な材質からなる被加熱体に赤外線を放射し、被加熱体の上面に置かれたウエハーを加熱する、間接加熱方式のウエハー加熱装置が開発されている。ところがこの方式のものは、直接加熱式のものに比較して熱損失が大きいこと、温度上昇に時間が

これに対し、上記したような円盤状セラミックヒーターの場合には、このヒーター本体に熱電対の一端を直接取り付けが必要であった。そして、このような加熱装置は、通常の一定圧力で使用する場合には大きな問題はないが、容器の内部を圧力変化させた場合には熱電対に振動を生ずることがあり、正確なヒーター温度の制御が行えないという問題が生じた。

(発明が解決しようとする課題)

本発明の課題は、ガス圧力の変動時においても正確に非金属材料部材の温度測定を行うことができる、非金属材料部材の温度測定装置及びその製造方法を提供することである。

更に、本発明の課題は、上記の温度測定装置を利用して非金属材料ヒーターの温度を正確に制御できるようにした加熱装置を提供することである。

(課題を解決するための手段)

本発明は、圧力が変化する容器の内部に設置された非金属材料部材の温度測定装置であって、

特開平4-95832 (3)

前記容器の内部に固定された熱電対;及び
前記熱電対の少なくとも熱接点を被覆し、この
熱電対を前記非金属無機質部材へ接合するガラス
接合層
を有する、非金属無機質部材の温度測定装置に係
わるものである。

また、本発明は、非金属無機質部材に設けられ
た接合用孔の底部に接合用ガラスの薄片を収容す
る工程;及び

この接合用ガラスの薄片を加熱して軟化又は溶
融させ、前記接合用孔の底部へと向って動く力に
よって熱電対の熱接点を前記底部に位置させ、こ
れにより少なくとも前記熱接点を被覆するガラス
接合層を形成し、前記熱電対と前記非金属無機質
部材とを接合する工程
を有する、非金属無機質部材の温度測定装置の製
造方法に係るものである。

更に、本発明は、圧力が変化する容器;

抵抗発熱体が埋設され、前記容器の内部に設置
された非金属無機質ヒーター;

前記容器の内部に固定された熱電対;及び
前記熱電対の少なくとも熱接点を被覆し、その
熱電対を前記非金属無機質ヒーターへ接合するガ
ラス接合層を有する、温度測定に係るものである。

「接合」とは、埋設の能に要面への接合をも包
含するものとする。

温度測定の対象となる非金属無機質部材は一般
のアルミナ、酸化珪素、サイアロン、炭化珪素、
酸化アルミニウム等のセラミックス及び半導体材
料であるシリコン、ガリウム、砒素及びこれらの
無機物質を含有する複合物を包含する。非金属無
機質部材に抵抗発熱体を埋設した場合には、酸化
珪素、サイアロン、酸化アルミニウム等が好まし
く、特に耐熱衝撃性の高い酸化珪素、サイアロン
が好ましい。

「ナトリウムとカリウムとをいずれも実質的に
含有しない」とは、ナトリウムとカリウムとをい
ずれも不可避的不純物としてしか含有しないこと
をいう。更に具体的には、不純物として混入する
ナトリウム、カリウムをいずれも酸化物換算で0.1

重量%以下とするのが好ましく、0.01重量%以下
とするのが更に好ましい。

(実施例)

第1図において、1は半導体製造用熱CVDに
使用される容器、2はその内部のケース3に取付
けられたウエハー加熱用のヒーター本体であり、
その大きさは例えば4〜8インチとしてウエハー
を設置可能なサイズとしておく。

容器1の内部にはガス供給孔4から熱CVD用
のガスが供給され、吸引孔5から真空ポンプによ
り内部の空気が排出される。非金属無機質ヒタ
ー2は酸化珪素のような堅密でガステイトな非金
属無機質基体6の内部に抵抗発熱体7をスパイラ
ル状に埋設したもので、その中央及び端部のケー
ブル8を介して外部から電力が供給され、非金属
無機質ヒーター2を例えば1100度程度に加熱す
ることができる。9はケース3の上面を覆う水冷ジ
ャケット10付のフランジであり、Oリング11によ
り容器1の側壁との間をシールされ、容器1の天
井面を構成している。

非金属無機質ヒーター2の背面12には、熱電対
19が第2図に拡大して示すように接合されている。

即ち、金属部17aにガラス、セラミックス等の
無機質絶縁体からなる絶縁シール17bを固定した
ハーメチックシール17を、容器のフランジ9に固
定し、この絶縁シール17bに線状基体18を固定し、
この線状基体18の容器内側端部にそれぞれ(+)
側金属線15、(-)側金属線16を接続、固定する。

一方、好ましくは酸化珪素からなり、二列の貫
通孔14aを有する絶縁管14を、ヒーター背面12側
に開口した接合用孔20内に挿入し、二列の貫通孔
14aにそれぞれ金属線15又は16を挿通させる。熱
接点24は接合用孔20の底面に位置させ、金属線15、
16と接合用孔20との間隙、及び絶縁管14と接合用
孔20との間隙にはガラス接合層13を形成し、熱接
点24を完全に被覆すると共に、熱電対19の先端部
分と絶縁管14とをヒーター2に接合、固定する。
金属線15、16は、貫通孔14a内ではほぼ直線状と
し、絶縁管14とハーメチックシール17との間では
螺旋状に巻回させる。

特開平4-95832 (4)

本実施例に係る半導体ウエハー加熱装置又は半導体ウエハー加熱用非金属無機質ヒーターの温度測定装置によれば、以下の効果を奏する。

- (1) 本発明者は上記した熱電対の誤動作の原因を追求した結果、特に真空中の場合、熱電対の周囲のガス分子の挙動は大気圧 ~ 1 torrの真空状態においては粘性流域にあるが、真空度が高まると分子流域に移行し、これに伴って熱電対の周囲における熱移動の経路が大幅に変化するため、正確な温度測定ができなくなることを知った。また粘性流域においても、大きい圧力変動による温度測定誤差が存在することが判った。

また、一般に温度測定の対象物が金属材料である場合には、熱電対を直接ろう付けや溶接により金属ヒーターに取り付けることが可能であるが、上記のように温度測定の対象物が非金属無機質ヒーターの場合には、直接的な取り付けが不可能である。このために従来考えうる方法では、非金属無機質ヒーターの孔に熱電対を機械

的に押しつける方法だけであり、非金属無機質ヒーターとの間の熱移動は圧力変動をするガスに依存していることを知った。

この点、本実施例においては、熱電対19の熱接点24をガラス接合層13によって被覆しているため、仮に容器1の内部が圧力変動しても、熱接点24付近はこの影響を受けず、常に安定した温度検出が可能である。従って本実施例の加熱装置は、高真空中で非金属無機質ヒーターの温度を正確に制御することができる。

- (2) 例えば、18、48、168などの極めて高真度の半導体の製造装置に適用するには、従来は問題とならなかったような微小部位からも半導体ウエハー汚染を生じうるという問題もある。

この点、本実施例において、ガラス接合層13を、ナトリウムとカリウムとをいずれも実質的に含有しないガラスで形成したところ、高密度半導体のウエハーも汚染することなく加熱できた。

このガラスにおいては、更に不純物である

H_2O 、 CaO の量を0.2重量%以下、更には0.01重量%以下に抑えることが好ましい。更には、アルカリ金属元素、アルカリ土類金属元素の不純物量を、いずれも0.1重量%以下、更には0.01重量%以下に抑えることが好ましい。従来よりも高密度の半導体の製造装置においては、ガラス接合層のような微小部位に存在する元素として、ナトリウム、カリウムほどではないが、これらの各元素も、半導体欠陥を引き起こすような汚染の原因となりうるからである。

- (3) 熱電対19の先端部分と非金属無機質ヒーター2との接合をガラスによって行っているため、気密性が高く、またこの接合部分の耐熱性、安定性が高い。

ガラスの熱膨張率は、温度変化の耐久性の面から基材5と適合していることが望ましい。

- (4) 非金属無機質材料として窒化珪素を用いると、ヒーターの強度が高く、窒化珪素の熱膨張率の小ささからヒーターの耐熱衝撃性も高く、高温への急熱、急冷を繰り返して行ってもヒ-

ーターが破損しない。また、窒化珪素が腐食性に優れていることから、熱CVD装置内等の腐食性ガス条件下でもヒーターの耐久性が高く、寿命が長くなる。

- (5) 本実施例の加熱装置によれば、ヒーター材料として非金属無機質材料を使用しているため、従来の金属ヒーターの場合のような汚染を防止できる。また、容器1内に設置した円盤状ヒーターで半導体ウエハーを直接加熱するので、間接加熱方式の場合のような熱効率の悪化の問題を解決できる。

- (6) 熱電対19を構成する金属線15、16は長く、応力によって折れにくい。

この点、本実施例によれば、絶縁管14とハーメチックシール17との間で螺旋状に金属線15、16を巻回させているので、ハーメチックシール17へのセッティング等の際に金属線15、16の変形の余地が大きく、金属線15、16が断線しにくい。

- (7) 絶縁管14の二列の貫通孔14aにそれぞれ金属線15又は16を挿通させているので、この部分で

特開平4-95832 (5)

金属線15と16が接触し、ショートするのを防止できる。

(四) 絶縁管14の一端を接合用孔20内に挿入し、固定してあるので、絶縁管14の端部が接合用孔20の内周面によって位置決めされるため、絶縁管14をヒーター背面12に対して垂直方向に固定するのが容易である。また、絶縁管14に内面において左右方向のモーメントが加わっても、ガラス接合層13に過大な応力が加わり難く、これによりガラス接合層にクラックが発生するのを防止できる。

(五) 接合用孔20の深さ d とセラミックヒーター2の厚さ h との関係は、 L/h を百分率比で10%以上とすることが好ましく、50%以上とすると更に好ましい。これにより熱接点24により伝達した温度と、ウエハー加熱面の真の温度との偏差を小さくすることができる。

なお、接合用孔20が実質的に非金属無機質ヒーター2をその厚さ方向に貫通していてもよい。ここで、実質的に貫通するとは、接合用孔20の底部

20aがウエハー加熱面側にごく僅かな距離だけ点的に現れる場合も含む趣意である。

ガラス接合層13の材質としては、 B_2O_3 含有量が50重量%以下の $SiO_2-B_2O_3$ 系ガラスが好ましい。 B_2O_3 含有量が50重量%を超えると、接合時にクラックが発生したり、ガラスの収縮量が多くなる傾向がある。

また、ガラス接合層13の材質として、石英ガラス、オキシナイトライドガラスが強度、耐熱衝撃性、気密性等の点で好ましい。

ウエハー加熱面は平滑面とすることが好ましく、特にウエハー加熱面にウエハーが直接セットされる場合には、平面度を500 μm 以下としてウエハーの裏面へのデポジション用ガスの侵入を防止する必要がある。

抵抗発熱体7としては、高融点でありしかも腐化元素等との密着性に優れたタングステン、モリブデン、白金等を使用することが適当である。

第1図の例ではウエハー加熱面を下向きにしたが、ウエハー加熱面を上向きにしてもよい。

第2図の例では、ハーメチックシール17をフランジ9に溶融等によって固定するが、ハーメチックシール17を固体の固定用フランジに溶接し、この固定用フランジをフランジ9に対して接合し、固定用フランジとフランジ9との間をローリング等でシールしてもよい。

次に、ガラス接合層の形成方法について述べる。

まず、例えば腐化元素製のヒーター2の背面12側に接合用孔20を設け、この底部20aに、接合用ガラスの小片を設置する。

この小片の上に、熱電対19の熱接点24をセットする。

次にこの小片を加熱して小片を溶融又は軟化させ、接合用孔20の底部20aへと向って動く力によって熱接点を底部20aに位置させる。底部20aに向って動く力は、熱電対19の自重であってもよいが、好ましくは、熱電対19を下方へと押圧する。これにより、溶融又は軟化した接合用ガラスが、熱電対の先端部分と接合用孔20内周面との間に固り込む。この状態で放冷すると、熱電対の先端部

分と接合用孔20との間にガラス接合層13が形成され、両者の間が気密に接合される。

接合用ガラス小片として、溶融ガラスを急冷して粘度を調節したガラスフリットを使用することもできる。更に、ガラス接合層のガラスを結晶化させることもできる。

接合用ガラス小片を軟化又は溶融させるとき、ガラス小片の軟化点以上で雰囲気を減圧(好ましくは0.1 Torr以下)とすると、ガラス接合層中に気泡が残留しないので、ガラス接合層にクラックが発生するのを防止できる。

第3図、第4図はそれぞれ他の実施例による、熱電対接合部分の拡大断面図である。第2図のものと同一構成部材には同一符号を付し、その説明は省略する。

第3図の例においては、絶縁管14を接合用孔20内へと挿入せず、接合用孔20の上にガラス接合層13で固定する。また、第4図の例においては、絶縁管14を使用せず、一対の金属線15、16をそれぞれハーメチックシール17からガラス接合層13まで

特開平4-95832 (6)

製造法を要する。

上記各例において、ウエハー加熱用非金属材料加熱ヒーターの形状は、円形ウエハーを均等に加熱するためには円盤状とするのが好ましいが、他の形状、例えば四角盤状、六角盤状等としてもよい。

こうしたヒーターは、プラズマエッチング装置、光エッチング装置等における加熱装置に対しても適用可能である。

また、本発明の適用対象である非金属材料加熱ヒーターは、非金属材料加熱ヒーターには限らない。

以下、具体的な実施例について述べる。

実施例1

(セラミックスヒーターと熱電対とのガラス接合及び温度測定)

第1図に示す窒化珪素製セラミックスヒーターに各種熱電対を下記ガラスにより接合した。1×10⁻³ torrの真空容器内で接合した熱電対の測定温度により制御し、セラミックスヒーターを700℃まで加熱し、温度が一定になった時にArガスを導入し、容器内を10 torrにした時の測定温度の変化

ΔTを測定した。接合部分の形状は第2図に依り、窒化珪素製熱電管を用いた。結果を第1表に示す。
SiO₂-B₂O₃系ガラス

下記に示す各組成を有するSiO₂-B₂O₃系ガラスを用いた。

ガラスは電子天秤により所定量を秤量し、アルミナ製乳鉢、乳棒により混合粉砕し、白金のつばに入れ、1600℃で熔融し、熔融物を水中投下し、ガラスフリットを作製した。ガラスをより均質にするため、作製したガラスフリットをアルミナ製乳鉢、乳棒により粉砕し、白金製のつばに入れ1600℃で再熔融し、熔融物をステンレス製型に入れて固化し、型から取り出した後、φ3mm、長さ6mmの小片に加工した。また、粉砕し、フリットも用意した。

このガラス小片を接合用乳の皿に入れ、その上に熱電対を置き、フリットは孔とレースの隙間に詰め、セットした。室温で接合電気炉内を真空にし、室温から1200℃まで300℃/hrで昇温し、1200℃で1hr維持した後、1400℃まで200℃/hr

で昇温し、昇温中に電気炉内にB₂を導入し、3気圧まで加圧した。1400℃で3hr維持したのち、降温した。降温中800℃から400℃までは1℃/hrで降温し、ガラスの取り取りを行った。

ガラス組成

SB-1: SiO ₂	80重量%
B ₂ O ₃	20重量%
SB-2: SiO ₂	70重量%
B ₂ O ₃	30重量%
SB-3: SiO ₂	60重量%
B ₂ O ₃	40重量%
SB-4: SiO ₂	50重量%
B ₂ O ₃	50重量%
SB-5: SiO ₂	40重量%
B ₂ O ₃	60重量%

石英ガラス (S1)

石英ガラスフリットを用意した。接合はSiO₂-B₂O₃系ガラスと同じ方法で行ったが、接合時の最高加熱温度は1600℃とした。

オキシナイトライドガラス

電子天秤により所定量を秤量し、アルミナ製乳鉢、乳棒により混合粉砕し、窒化ほう素ルツボに入れ、1600℃、B₂, 2atmの雰囲気中で熔融し、電気炉内で急冷しガラスを得た。窒化ほう素ルツボ中のガラスをSiO₂-B₂O₃系ガラスと同様に小片に加工し、接合した。接合は室温から1400℃まで1atmのB₂雰囲気で行った。

組成は以下の通りとした。

ON-1: SiO ₂	40重量%
Y ₂ O ₃	50重量%
Al ₂ O ₃	10重量%
ON-2: SiO ₂	30重量%
Y ₂ O ₃	50重量%
Al ₂ O ₃	20重量%

(熱電対)

PT-1: 白金70wt%, ロジウム30wt%合金(+) - 白金

94wt%, ロジウム6wt%合金(-)

PT-2: 白金87wt%, ロジウム13wt%合金(+) - 白金(-)

PT-3: 白金90wt%, ロジウム10wt%合金(+) - 白金(-)

特開平4-95832 (7)

第 1 表

試料	熱電対	接合部 ガラス	温度変化 $\Delta T(^{\circ}\text{C})$	備 考
1	PT-1	SB-1	< 0.2	ガラス小片
2	PT-2	SB-2	< 0.2	ガラス小片
3	PT-3	SB-3	< 0.2	ガラス小片
4	PT-2	SB-2	0.4	フリット
5	WR-1	SB-1	< 0.2	ガラス小片
6	WR-2	SB-2	< 0.2	ガラス小片
7	WR-2	SB-3	0.3	フリット
8	WR-3	SB-4	< 0.2	ガラス小片
9	WR-1	SI	< 0.2	ガラス小片
10	WR-2	QT-1	< 0.2	ガラス小片
11	WR-3	QT-2	< 0.2	ガラス小片
12	WR-1	SB-5	0.6	ガラス吸着有り
13	-	-	9.2	接合部、穴に差し入れた

WR-1: タングステン95wt%, レニウム 5wt%合金(+)-
タングステン74wt%, レニウム26wt%合金(-)
WR-2: タングステン97wt%, レニウム 3wt%合金(+)-
タングステン75wt%, レニウム25wt%合金(-)
WR-3: タングステン98wt%, レニウム10wt%合金(+)-
タングステン74wt%, レニウム26wt%合金(-)
ここで、WR-3の(+)側ではレニウムの量を多く
してあるが、これにより(+)側の金属線の粘性が
高まり、折れにくくなる。

試料1～11では温度変化 ΔT を0.4℃以下に
抑えることができ、温度を一定に制御できたが、
比較例の試料13では ΔT が9.2℃と大きく、熱
電対でヒーター出力を制御しているため、温度が
一定になるまで10分必要であった。

実験例2

実験例1において試料1の組成のガラスを使
用し、不純物濃度の異なる原料からガラスを製
し、電気炉型ヒーターに、これらのガラスを用
いて上記の方法に従って温度測定用熱電対WR-2を
接合した。このヒーターのウエハー加熱面にシリ
コンウエハーを置き、800℃で1時間加熱し、シリ
コンウエハーのヒーターに接合した側の面につ
いて、SIMS(二次イオン質量分析法)でNa,
K, Mg, Caを分析した。

その結果、酸化物換算で Na_2O , K_2O が0.2wt%
～0.5wt%含まれる場合は、シリコンウエハー表面
から内部にNa, Kの拡散が認められたが、0.01wt%
以下では表面に僅かに検出されたものの内部への
拡散は見られなかった。0.01wt%以下で

は全く検出されなかった。

同様に、酸化物換算で MgO , CaO が0.3wt%～0.5
wt%含まれる場合は、シリコンウエハー表面から内
部にMg, Caの拡散が認められたが、0.2wt%～0.01
wt%では表面に僅かに検出されたものの内部への
拡散は見られなかった。0.01wt%以下では全く検
出されなかった。

シリコンウエハーにアルカリ金属、アルカリ土類
金属あるいはFeなどの遷移金属が入ると、シリコ
ン中に不純物欠陥を形成するため好ましくない。
その内、特にNa, Kは微量でも不純物欠陥を形
成するため、特に好ましくない。

実験例3

実験例1の試料1のガラスを用い、熱電対WR
-1を接合し、ガラス接合時に雰囲気を減圧にした
場合(0.1torr)と減圧にしない場合の各試料を
作成し、それぞれについて室温と700℃との間で
昇降温を行い、容器内を圧力変化させた時の温度
変化を測定した。減圧にしない場合ガラス中に気
泡が多く残留した。試験の結果、減圧にしない場

特開平4-95832 (8)

第 2 表

孔	穴の長さ L (mm)	L/d (1)	ΔT	備 考
1	20.0	100	< 1	実質的に真通
2	15.0	75	< 1	
3	10.0	50	< 1	
4	5.0	25	< 1	
5	2.0	10	< 1	
6	1.0	5	2	
7	0.5	2.5	3	
8	0	0	12	表面にガラス接合

合は、180 回目まで温度変化を生じた。試験後、接合ガラスにクラックが発生していた。施圧にした場合は200 回以上温度変化はなかった。

実験例 4

実験例 1 の試料皿 1 のガラスを用い、窒化珪素製円盤状セラミックスヒーター 2 の厚み d を 20mm とし、接合用孔 20 の径を 3.0 mm とし、熱電対として実験例 1 の WR-1 を使用した。そして、熱電対の先端部分と接合用孔とを上記のガラスにより接合し、 1×10^{-6} torr の真空容器内で、熱電対の測定温度で制御し、セラミックスヒーターを 700 °C で加熱した。

一方、透明な石英窓を容器に設け、赤外線放射温度計でウエハー加熱面での温度を測定し、熱電対による測定温度と赤外線放射温度計による測定温度との偏差 ΔT を得た。結果を第 2 表に示す。

第 2 表から解るように、熱電対を接合用孔内に挿入してガラス接合することが好ましく、更に L/d を 10% 以上とすることが好ましい。

(発明の効果)

本発明に係る非金属材料製部材の温度測定装置及びその製造方法によれば、熱電対の少なくとも熱接点をガラス接合層によって被覆しているので、容器の内部の圧力が変化してもガラスの気密性が

ら熱接点の周囲の環境は変化せず、従って常に安定した温度測定が可能である。

また、本発明に係る加熱装置によれば、上記の効果に加え、非金属材料製ヒーターの温度を安定して測定することにより、容器内の圧力が大きく変化しても、非金属材料製ヒーターの温度を正確に制御することができる。

4. 図面の簡単な説明

第 1 図は非金属材料製ヒーターを容器内に設置した状態を示す図解断面図、

第 2 図、第 3 図、第 4 図はそれぞれ熱電対とセラミックスヒーターとの接合部周辺を示す拡大断面図である。

2 … 円盤状非金属材料製ヒーター

7 … 蓋板加熱体

9 … フランジ

12 … ヒーター背面

13 … ガラス接合層

14 … 絶縁管

14a … 貫通孔

15 … (i) 側の金属部

16 … (-) 側の金属部

17 … ハーメチックシール

18 … 盤状導体

19 … 熱電対

20 … 接合用孔

20a … 接合用孔の底部 24 … 熱接点
d … セラミックスヒーターの厚み
L … 接合用孔の長さ

特 許 出 願 人 日 本 碍 子 株 式 会 社

代理人 弁理士 杉 村 誠 秀

同 弁理士 杉 村 興 作

同 弁理士 佐 藤 安 徳

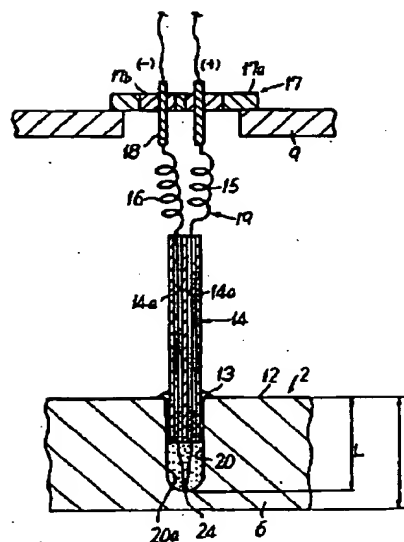
同 弁理士 富 田 興

同 弁理士 梅 本 政 夫

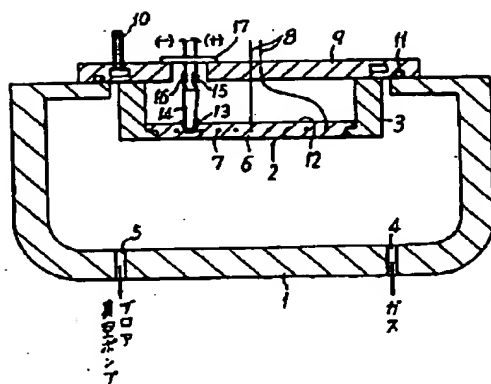
同 弁理士 仁 平 孝

特開平4-95832 (9)

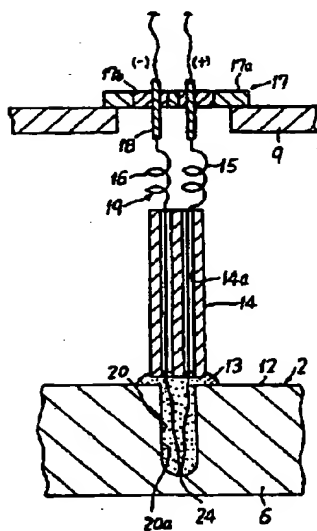
第2図



第1図



第3図



第4図

